



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

SHIROTA et al
March 23, 2004
BSKB, LLP
703-205 8000
0171-1075P
1041

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 3 月 2 4 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 0 7 9 3 9 9
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 7 9 3 9 9]

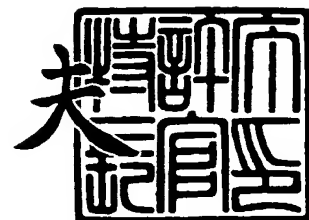
出 願 人
Applicant(s): 信越化学工業株式会社



2 0 0 3 年 8 月 2 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 6 9 0 1 5

【書類名】 特許願

【整理番号】 15019

【提出日】 平成15年 3月24日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C03C 03/06
G02B 01/02

【発明者】

【住所又は居所】 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島 2 8 - 1 信越化学工業株式会社 合成技術研究所内

【氏名】 代田 和雄

【発明者】

【住所又は居所】 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島 2 8 - 1 信越化学工業株式会社 合成技術研究所内

【氏名】 大塚 久利

【発明者】

【住所又は居所】 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島 2 8 - 1 信越化学工業株式会社 合成技術研究所内

【氏名】 今井 聡樹

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100079304

【弁理士】

【氏名又は名称】 小島 隆司

【選任した代理人】

【識別番号】 100114513

【弁理士】

【氏名又は名称】 重松 沙織

**【選任した代理人】****【識別番号】** 100120721**【弁理士】****【氏名又は名称】** 小林 克成**【手数料の表示】****【予納台帳番号】** 003207**【納付金額】** 21,000円**【提出物件の目録】****【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 図面 1**【物件名】** 要約書 1**【プルーフの要否】** 要



【書類名】 明細書

【発明の名称】 合成石英ガラス製造用バーナー

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シリカ原料化合物を供給する中心管、この中心管を圍繞し、支燃性ガスを供給する第 1 の包囲管、この第 1 の包囲管を圍繞し、燃性ガスを供給する第 2 の包囲管を備えた少なくとも三重管構造を有する多重管と、この多重管を圍繞し、燃性ガスを供給する第 1 の外殻管と、この第 1 の外殻管内に配設され、支燃性ガスを供給する複数の第 1 のノズルと、前記第 1 の外殻管を圍繞し、燃性ガスを供給する第 2 の外殻管と、この第 2 の外殻管内に配設され、支燃性ガスを供給する複数の第 2 のノズルとを備えた主バーナーを具備することを特徴とする合成石英ガラス製造用バーナー。

【請求項 2】 第 1 の外殻管内に設けた複数の第 1 のノズルのガス噴出し部の総断面積が、多重管と第 1 の外殻管との間の中空部の断面積に占める比率として 5 % 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の合成石英ガラス製造用バーナー。

【請求項 3】 第 2 の外殻管内に設けられた複数の第 2 のノズルのガス噴出し部の断面積が、第 1 の外殻管と第 2 の外殻管との間の中空部の断面積に占める比率として 5 % 以上であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の合成石英ガラス製造用バーナー。

【請求項 4】 主バーナーの外側に少なくともその先端を覆って外套管を設けたことを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項記載の合成石英ガラス製造用バーナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、エキシマレーザー用、特に ArF エキシマレーザー用に使用されるレンズ、プリズム、ミラー、窓材、フォトマスク用石英ガラス基板等の光学用素材として有効で、光学的高均質で光透過率変化の少ない、エキシマレーザー用合成石英ガラス光学部材用原料素材として好適に用いられる合成石英ガラスインゴ

ットを製造するための合成石英ガラス製造用バーナーに関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、超L S Iの高集積化に伴い、ウエハー上に集積回路パターンを描画する光リソグラフィー技術において、サブミクロン単位の描画技術が要求されており、より微細な線幅描画を行うために、露光系の光源の短波長化が進められてきている。このため、リソグラフィー用のステッパー装置の光源として、従来のi線（波長365nm）からKrFエキシマレーザー（波長248nm）が主流となり、近年ではArFエキシマレーザー（波長193nm）の実用化が始まっている。このようなステッパー装置に用いられるレンズには、優れた紫外線の透過性及び紫外線照射に対して強い耐性と均質性が要求されている。

【0003】


合成石英ガラスは、通常、紫外線吸収の原因となる金属不純物の混入を避けるために、例えば四塩化ケイ素等高純度のシリコン化合物の蒸気を直接酸水素火炎中に導入し、これを火炎加水分解させてシリカ微粒子を生成させ、直接回転する石英ガラス等の耐熱性基体上に堆積・溶融ガラス化させて、透明な合成石英ガラスとして製造される。

【0004】

このようにして製造された透明な合成石英ガラスは、190nm程度の短波長領域まで良好な光透過性を示し、紫外線レーザー光、具体的にはi線その他、KrF（248nm）、XeCl（308nm）、XeBr（282nm）、XeF（351, 353nm）、ArF（193nm）等のエキシマレーザー光及びYAGの4倍高調波（250nm）等についての透過材料として用いられてきた。

【0005】

この場合、合成石英ガラスにエキシマレーザーのような強烈なエネルギーをもつ紫外線を照射することによって新たに生じる紫外線領域における光の吸収は、合成石英ガラス中の固有欠陥から光反応により生じた常磁性欠陥によるものと考えられている。このような常磁性欠陥による光吸収は、これまでESRスペクトル等で数多く同定されており、例えば、E' センター（Si \cdot ）やNBOHC（



S i - O ·) 等がある。

【0006】

このように、常磁性欠陥は、一般的に光学的吸収帯を有しているため、石英ガラスに紫外線を照射した場合、紫外線領域において石英ガラスの常磁性欠陥により問題となる吸収帯は、例えば E' センター (S i ·) の 215 nm と、まだ正確に同定されていないが、260 nm である。これらの吸収帯は、比較的ブロードで、しかも強い吸収を生じる場合があり、例えば、A r F エキシマレーザーや K r F エキシマレーザーの透過材料として用いる際には大きな問題となる場合があった。

【0007】

常磁性欠陥の原因となる合成石英ガラス中の固有欠陥は、例えば S i - O H、S i - C l 等の S i O₂ 以外の構造や、S i - S i、S i - O - O - S i 等の酸素欠損、酸素過剰の構造に起因している。

【0008】

そこで、常磁性欠陥を抑制する方法として、塩素を含有しないテトラメトキシシランのようなアルコキシシランをシラン化合物として用いることにより、常磁性欠陥の一つである S i - C l をガラス中に含有させない方法が提案されている (特許文献 1 : 特開平 6 - 199532 号公報参照)。

【0009】

また、石英ガラス中に一定以上の濃度の水素分子が存在すると、酸素欠陥である E' センター (S i ·) の欠陥が生じにくくなり、レーザー耐久性が向上することが知られている。

【0010】

K r F エキシマレーザー光に比べて A r F エキシマレーザー光は、数倍強烈なダメージを石英ガラスに与えるため、A r F 用途の石英ガラスには、K r F 用途の石英ガラスに対して数倍の水素分子濃度が必要になる。

【0011】

合成石英ガラス中の水素分子濃度の制御方法も提案されており (特許文献 2 : 特開平 6 - 305736 号公報参照)、A r F レーザーのエネルギー使用条件に

よって、ガラス中の水素分子濃度の調整が行われてきた。

【0012】

このように光源の短波長化に伴い光のエネルギーが従来の i 線光よりもエキシマレーザー光等で強烈になってきた場合、ガラスのレーザー耐久性は鋭意研究されてきている。

【0013】

また、これら短波長化に伴う露光装置に使用されるレンズ、ウインドウ、プリズム、フォトマスク用石英ガラス基板等の光学部品に対しては、最近、特に露光装置で使用される投影レンズ材の高 NA 化が進み、レンズ材の口径も年々大きくなってきていると同時に、レンズ材の光学的均質性もより高精度なものが求められてきている。特に ArF エキシマレーザーに関しては、石英ガラスの初期透過率、波長 193.4 nm での光学部材全面の透過率が理論値；多重反射を考慮した時の波長 193.4 nm での理論値 99.85% に近い値が要求されてきている。これは露光装置内の光学系がレンズを数枚から数十枚で構成されているため、少しでも石英ガラスの初期透過率を高くすることで石英ガラス内部への光エネルギーの吸収を抑制し、光エネルギーを吸収した場合の熱エネルギーへの変換によって密度変化をきたし、場合によっては屈折率変化をも引き起こす可能性を極力抑えることが重要になってきている。また本来の屈折率の均質性に加え、複屈折の低減も極めて重要な課題になっている。

【0014】

従来から、合成石英ガラスは、通常、紫外線吸収の原因となる金属不純物の混入を避けるために、例えば四塩化ケイ素等の高純度有機ケイ素化合物の蒸気を直接酸水素火炎中に導入し、これを火炎加水分解させてシリカ微粒子を生成させ、直接回転する石英ガラス等の耐熱性基体上に堆積・熔融ガラス化させて、透明な合成石英ガラスとして製造される。この時、製造された合成石英ガラスインゴットを成長方向に対して垂直に切断して（輪きり）成長方向面の波長 193.4 nm での透過率分布を測ると、面内で分布が生じており、通常は中心部から外周部にかけて透過率は低下傾向にある。ここで初期透過率として要求される値が、例えば内部透過率で 99.7% 以上とした場合に、合成石英ガラスインゴットの使

用可能な有効部分、所謂歩留まりがここで決まる。本発明者らはこの有効部分を合成石英ガラスインゴットの全面領域まで広げることを狙ったものである。この合成石英ガラスインゴットの初期透過率を決定する製法因子は、直接火炎法を構成する重要要素であるバーナー（構造、セット状態）及びそこへ供給する原料シラン化合物、水素等の燃性ガス、酸素等の支燃性ガス、これらのガスバランスによってほぼ決定される。これらの中でも特にバーナーの構造に依存するところが大変大きいことが判った。

【特許文献 1】

特開平 6-199532 号公報

【特許文献 2】

特開平 6-305736 号公報

【0015】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、エキシマレーザーに使用されるレンズ、プリズム、ウインドウ、フォトマスク用石英ガラス基板等の光学部材に用いられる光学用高均質合成石英ガラス部材において、光学的により高均質合成石英ガラス部材を得やすくするための原料となる合成石英ガラスインゴットを製造するための合成石英ガラスインゴット製造用バーナーの提供を目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討した結果、シリカ原料化合物から酸水素火炎によって気相加水分解又は酸化分解して合成石英ガラスインゴットを製造する際に火炎を形成するバーナー構造を、従来は、中心三重管構造、該三重管を囲繞する外殻管、該三重管と外殻管との間に設けた複数個のノズルからなり、更に外殻管を覆って外套管を主バーナー先端に位置するように配設、構成してなる合成石英ガラス製造用バーナーを用いていたが、これを少なくとも中心三重管構造、該三重管を囲繞する第 1 の外殻管、該三重管と第 1 の外殻管との間にこの第 1 の外殻管内に存して設けた複数個の第 1 のノズルからなり、更に第 1 の外殻管を囲繞する第 2 の外殻管、該第 1 の外殻管と第 2 の外殻管との間にこの

第2の外殻管内に存して設けた複数個の第2のノズルを具備する合成石英ガラス製造用バーナーとすることにより、光学的に高均質な合成石英ガラスを得ることができる合成石英ガラスインゴットを可能にすることを知見したものである。

【0017】

従って、本発明は、下記の合成石英ガラス製造用バーナーを提供する。

請求項1:

シリカ原料化合物を供給する中心管、この中心管を囲繞し、支燃性ガスを供給する第1の包囲管、この第1の包囲管を囲繞し、燃性ガスを供給する第2の包囲管を備えた少なくとも三重管構造を有する多重管と、この多重管を囲繞し、燃性ガスを供給する第1の外殻管と、この第1の外殻管内に配設され、支燃性ガスを供給する複数の第1のノズルと、前記第1の外殻管を囲繞し、燃性ガスを供給する第2の外殻管と、この第2の外殻管内に配設され、支燃性ガスを供給する複数の第2のノズルとを備えた主バーナーを具備することを特徴とする合成石英ガラス製造用バーナー。

請求項2:

第1の外殻管内に設けた複数個の第1のノズルのガス噴出し部の総断面積が、多重管と第1の外殻管との間の中空部の断面積に占める比率として5%以上であることを特徴とする請求項1記載の合成石英ガラス製造用バーナー。

請求項3:

第2の外殻管内に設けられた複数個の第2のノズルのガス噴出し部の断面積が、第1の外殻管と第2の外殻管との間の中空部の断面積に占める比率として5%以上であることを特徴とする請求項1又は2記載の合成石英ガラス製造用バーナー。

請求項4:

主バーナーの外側に少なくともその先端を覆って外套管を設けたことを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項記載の合成石英ガラス製造用バーナー。

【0018】

【発明の実施の形態】

以下、本発明につき更に詳しく説明すると、本発明の合成石英ガラスインゴッ

ト製造用バーナーは、少なくとも三重管構造を有する多重管、該多重管を囲繞する第1の外殻管、第1の外殻管内に設けた複数個の第1のノズル、更に第1の外殻管を囲繞する第2の外殻管、該第2の外殻管内に設けた複数個の第2のノズルから構成される主バーナーを具備する。

【0019】

図1は、本発明に係るバーナーの一実施例を示すもので、1は、中心管2と、この中心管2を囲繞する第1の包囲管3と、この第1の包囲管3を囲繞する第2の包囲管4とからなる三重管構造の多重管である。5はこの多重管（三重管）1を囲繞する第1の外殻管であり、この第1の外殻管5と前記三重管1との間には第1の外殻管5内に存して複数個の第1のノズル6が配設されている。更に、7は前記第1の外殻管5を囲繞する第2の外殻管であり、この第2の外殻管7と第1の外殻管5との間にも第2の外殻管7内に存して複数個の第2のノズル8が配設されている。

【0020】

この場合、中心管2内には、シリカ原料化合物が供給、流通し、更に酸素ガス又はキャリアーガスが通常供給、流通するものである。また二重管目（第1の包囲管3内）には酸素等の支燃性ガス、三重管目（第2の包囲管4内）には水素等の燃性ガスが供給、流通する。更に、前記ノズル6、8には、それぞれ酸素ガス等の支燃性ガスが供給、流通し、前記第1及び第2の外殻管5、7内には、水素ガス等の燃性ガスが前記ノズル6、8の周りに流通するように供給、流通する。

【0021】

図2は、本発明に係るバーナーの他の実施例を示すもので、上記主バーナーの外側（第2の外殻管7の外側）に、この主バーナーの先端側を覆い、更に主バーナーの先端より先方に若干突出した状態で外套管9が配設されたものであり、その他の構成は図1の実施例と同様である。

【0022】

ここで、前記第1の外殻管5内に配設される複数の第1のノズル6のガス噴出し部の総断面積（ノズル6の中空部における断面積の総和）は、三重管1と第1の外殻管5との間のガス噴出し部の断面積（両管1、5間の中空部における断面

積（第1のノズルが配設されていないとした場合の管1，5間の中空部総面積）に占める比率として5%以上、より好ましくは5～20%、更に好ましくは8～13%であることが好ましい。

【0023】

また、第2の外殻管7内に配設される複数の第2のノズル8のガス噴出し部の総断面積（ノズル8の中空部における断面積の総和）は、両管5，7間のガス噴出し部の断面積（両管5，7間の中空部における断面積（第2のノズルが配設されていないとした場合の管5，7間の中空部総面積））に占める比率として5%以上、より好ましくは5～20%、更に好ましくは8～13%であることが好ましい。

【0024】

従って、複数個のノズル6，8の本数は上記の条件に合わせて決めればよい。

即ち、従来のバーナー構造（図3は従来のバーナー構造を示し、図1及び2と同一部品については同一の参照符号を付し、その説明を省略する）と比較して、第1の外殻管の周りに第2の外殻管を設けること及び第1の外殻管と第2の外殻管との間に設けた複数個の第2のノズル群からなる構造にすること、特に上述したように第2のノズル群の断面積の比率を5%以上にすることで、合成石英ガラスインゴットを直接火炎法にて製造する際、インゴット成長面の中心部から外周部にかけての熔融面温度分布を見ると、中心部の高温領域が外周部まで拡がり均一な状態になる。これによりインゴット成長熔融面上のシリカ微粒子の堆積・熔融・ガラス化過程でのシリカ構造が中心部から外周部にかけて同一条件下で形成されることになり、インゴット外周部の初期透過率を中心部より低下させずに極力抑えることが可能になった。

【0025】

これは、バーナー構造を従来構造の第1の外殻管の周りに第2の外殻管を新たに設けることで、形成される火炎内の内炎から外炎まで高温領域が拡がり、この外炎部分がインゴット熔融成長面の外周部分に照射されることになる。また、第1の外殻管と第2の外殻管との間に設けた複数個の第2のノズル群からなる構造にすること、特に第2のノズル群の断面積の比率を5%以上にすること又は多重

管と第1の外殻管との間に設けた複数個の第1のノズル群の断面積の比率を5%以上にすることで複数個のノズル群の周囲から供給される水素ガス等の燃性ガスの燃焼効率が増して火炎全体の中で高温領域を広げることが可能になった。更に、バーナーの先端を包囲する外套管を設けることにより、炉内の気流による火炎の乱れを防止して、火力を集中させることができる。

【0026】

ここで、本発明の合成石英ガラス製造用バーナーを用いて製造された合成石英ガラスインゴットは、波長193.4nmにおける内部透過率が、例えば、インゴットを輪切りにした状態でその全面が99.70%以上であることが好ましい。また、ガラス中のOH基量が500～1300ppm、特に800～900ppmであることが好ましい。更に、水素分子濃度が 3×10^{18} 分子数/cm³以上、特に 3×10^{18} ～ 6×10^{18} 分子数/cm³、とりわけ 3×10^{18} ～ 5×10^{18} 分子数/cm³であることが耐レーザー性の点より好ましい。

【0027】

次に、本発明の合成石英ガラス製造用バーナーを用いた時の合成石英ガラスインゴットの製造方法について説明すると、シリカ原料化合物、水素ガス等の可燃性ガス及び酸素ガス等の支燃性ガスの各々を本発明のバーナーに供給し、酸水素火炎によって気相加水分解又は酸化分解してシリカ微粒子をターゲット上に堆積させると共に、これを熔融ガラス化して合成石英ガラスインゴットを製造することが好ましい。

【0028】

この場合、原料のシリカ原料化合物としては有機ケイ素化合物を用い、下記一般式(1)、(2)又は(3)で示されるシラン化合物、シロキサン化合物が好適に用いられる。



(式中、R¹, R²はそれぞれ同一又は異種の脂肪族一価炭化水素基、水素原子、又はハロゲン原子を示し、nは0～4の整数を示す。)

【0029】

【化 1】



(式中、 R^3 は水素原子又は脂肪族一価炭化水素基を示し、 m は1以上、特に1又は2である。また、 p は3～5の整数である。)

【0030】

ここで、 R^1 、 R^2 、 R^3 の脂肪族一価炭化水素基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、 n -ブチル基、 t er t -ブチル基等の炭素数1～4のアルキル基、シクロヘキシル基等の炭素数3～6のシクロアルキル基、ビニル基、アリル基等の炭素数2～4のアルケニル基等が挙げられる。

【0031】

具体的に上記一般式(1)で示されるシラン化合物としては、 SiCl_4 、 CH_3SiCl_3 、 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ 、 $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$ 、 $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 等が挙げられ、一般式(2)、(3)で示されるシロキサン化合物としては、ヘキサメチルジシロキサン、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン等が挙げられる。

【0032】

そして、酸水素火炎を形成する本発明の合成石英ガラス製造用バーナーには、原料のシラン又はシロキサン化合物、水素、一酸化炭素、メタン、プロパン等の可燃性ガス、酸素等の支燃性ガスの各々を供給する。

【0033】

ここで、合成石英ガラスインゴットを製造する装置は、縦型又は横型のいずれも使用することができる。

【0034】

本発明の合成石英ガラス製造用バーナーによって製造された合成石英ガラスインゴットの波長193.4 nmでの内部透過率は、上述したように、99.70%以上であることが好ましい。これはこの合成石英ガラスインゴットが原料として最終的に光学部材として使用される際に、この時の使用波長が、例えばArFエキシマレーザーの場合、波長193.4 nmでの透過率が内部透過率で99.70%以上必要とされる場合があるからである。内部透過率が99.70%未満であると、ArFエキシマレーザー光が石英ガラス部材を通過した時に光エネルギーが吸収されて熱エネルギーに変化し、これによりガラスの密度変化をきたし更に屈折率変化をも生じるおそれがある。例えば光源がArFエキシマレーザー光とする露光装置のレンズ材に上記内部透過率が99.70%未満の合成石英ガラスインゴットを使用した場合に、レンズ材の光の屈折率変化で像面がゆがむ等の不具合を引き起こしてしまう場合がある。

【0035】

そのために、上記の如く、本発明のバーナー構造にする必要があるわけで、更に加えてよりこのバーナーを最適に使用するためには、バーナーに供給するシリカ原料化合物と酸素との混合比は、シリカ原料化合物が酸素量論量の1.3倍モル以上、特に好ましくは2.0～3.0倍の範囲であることが好ましい。

【0036】

また、このバーナーに供給するシリカ原料化合物（シラン又はシロキサン化合物）と水素が必要とする酸素量論量に対する実酸素量のモル比は、0.6～1.3、特に0.7～0.9の範囲とすることが好ましい。

【0037】

成長面でのガラス化温度は、成長面で温度分布を有しており、この時の最低温度が1800℃以上、好ましくは2000℃以上（なお、上限は2500℃以下、好ましくは2400℃以下である）にすることによって、合成石英ガラスの波長193.4 nmでの内部透過率を99.70%以上に保つ領域を広げることが可能になる。この成長面の熔融ガラス化温度に大きく寄与するのが上記の如く本発明の合成石英ガラス製造用バーナーを使用し、最適な酸水素等のガスバランス

にすることである。

【0038】

即ち、本発明者らは、成長面の熔融ガラス化温度と透過率との関係において、熔融面温度が波長 200 nm より短波長、特に ArF (193.4 nm) の波長での透過率に影響を与えることを知見した。つまり、熔融ガラス化温度がより高温であれば、内部透過率も 99.70% 以上を維持できる。また、同様にこの条件範囲内で合成石英ガラス中に含有される水素分子含有量も 3×10^{18} 分子数 / cm^3 以上に保つことが可能になり、エキシマレーザー照射時の長期的安定性（透過率劣化抑制）も十分維持できる。

【0039】

更に、得られた合成石英ガラスインゴットは、円筒研削等を施した後、マスク基板用として 1700℃ から 1800℃ の範囲で加熱熔融して四角いブロック状に熱間成型し、1000℃ から 1300℃ の範囲内で歪除去のためのアニール処理後、スライス、研磨によって合成石英ガラス基板とすることができる。また光学用レンズ材用とする場合には、合成石英ガラスインゴットに均質化処理を実施することにより、三方向において脈理がない合成石英ガラスが得られる。即ち、得られた合成石英ガラスインゴットの両端を旋盤に把持した合成石英ガラス棒（足場管）に溶接し、直径 ϕ 80 mm に延伸してから、一方の端部を酸水素バーナーで 1700℃ 以上、好ましくは 1800℃ 以上で強熱し、熔融帯域を形成した後、左右のチャックの回転数を変えて、熔融帯域に剪断応力を与えることで石英ガラスインゴットを均質化しつつ、バーナーを一方の端部から他方の端部まで移動させることによりインゴット成長面内の OH 基濃度及び水素濃度を均質化する（帯域熔融法による均質化）。得られた合成石英ガラスを所望のサイズに成型した後、均一な仮想温度（FT）にするためのアニール処理を加えることが好ましい。なお、アニール処理は常法によって行うことができる。

【0040】

このようにして得られた合成石英ガラス部材は、エキシマレーザー用フォトマスク用合成石英ガラス基板や、ステッパーの照明系レンズ、投影光学用レンズ、窓材、ミラー、ビームスプリッター、プリズム等の光学用石英ガラス部材に使用

される。

【0041】

【実施例】

以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

なお、下記例で、内部透過率の測定方法は以下の通りである。

内部透過率：

紫外分光光度法により測定した（バリアン社製、C a r y 4 0 0）。

【0042】

[実施例、比較例]

原料としてメチルトリメトキシシランを本発明の合成石英ガラス製造用バーナー（図1）と従来型の合成石英ガラス製造用バーナー（図3）に供給し、酸水素火炎にて酸化又は燃焼分解させてシリカ微粒子を生成させ、これを回転している石英製ターゲット上に堆積すると同時に熔融ガラス化して合成石英ガラス部材を得た。

【0043】

この場合、図4に示したように、回転する支台11上に石英ガラス製ターゲット12を取り付ける一方、原料蒸発器13内に入れたメチルトリメトキシシラン14にアルゴンガス15を導入し、このアルゴンガス15にメチルトリメトキシシラン14の蒸気を随伴させ、かつこれに酸素ガス16を混合した混合ガスを、図1及び図3に示したように、主バーナー17の中心ノズルに供給すると共に、この主バーナー17には、更に上記混合ガスを中心にして順次内側から外側に酸素ガス18、水素ガス19、水素ガス20、酸素ガス21、水素ガス22、酸素ガス23を供給し、主バーナー17から上記原料メチルトリメトキシシラン14、酸水素火炎24をターゲット12に向けて噴出して、シリカ微粒子25をターゲット12に堆積させ、同時に熔融透明ガラス化させて合成石英ガラスインゴット26を得た。得られた合成石英ガラスインゴットのサイズは、140mmφ×500mmであった。なお、実施例及び比較例のバーナーのノズル断面積、断面積比、ガス供給条件を表1に示す。

【0044】

【表1】

		実施例(図2)		比較例(図3)	
	ガス	断面積 (mm ²)	ガス流量 (Nm ³ /hr)	断面積 (mm ²)	ガス流量 (Nm ³ /hr)
中心管	原料	15	0.4	13	0.4
	O ₂		3.0		2.0
	Ar		0.1		0.1
第1の包囲管	O ₂	30	1.0	32	1.0
第2の包囲管	H ₂	50	14.0	60	15.0
第1の外殻管	H ₂	1,700	24.0	1,800	25.0
第1のノズル	O ₂	150	12.0	80	16.0
第2の外殻管	H ₂	1,550	15.0	—	
第1のノズル	O ₂	150	10.0	—	
断面積比 (%)	第1のノズル	8.8		4.4	
	第2のノズル	9.7		—	

注：断面積比は、第2の包囲管と第1の外殻管との間、第1の外殻管と第2の外殻管との間の中空部面積（第1、第2のノズル配設前）に対する第1、第2のノズルの中空部総面積の割合を示す。

【0045】

次に、この実施例及び比較例から作製した合成石英ガラスインゴットから輪切りに切断し、鏡面加工後、このガラス体の中心部から外周部にかけての193.4nmにおける初期透過率分布を紫外分光光度法により測定した（バリアン社製、Cary 400）。これを図5に示した。

【0046】

【発明の効果】

本発明によれば、エキシマレーザー、特にArFエキシマレーザー用に使用される光学用高均質合成石英ガラス部材用途、耐レーザー性に強い光学部材用途、或いはその他エキシマレーザー等の光源が用いられる光学部材用途、紫外線用光ファイバー用途等に用いられる素材となる合成石英ガラスインゴットを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明による第1の実施例に係る合成石英ガラス製造用バーナーのガス噴出し口の断面図を示す。

【図2】

本発明による第2の実施例に係る合成石英ガラス製造用バーナーのガス噴出し口の断面図を示す。

【図3】

従来の合成石英ガラス製造用バーナーのガス噴出し口の断面図を示す。

【図4】

合成石英ガラスの製造装置の一例を示す概略図である。

【図5】

合成石英ガラスインゴットの透過率分布図である。

【符号の説明】

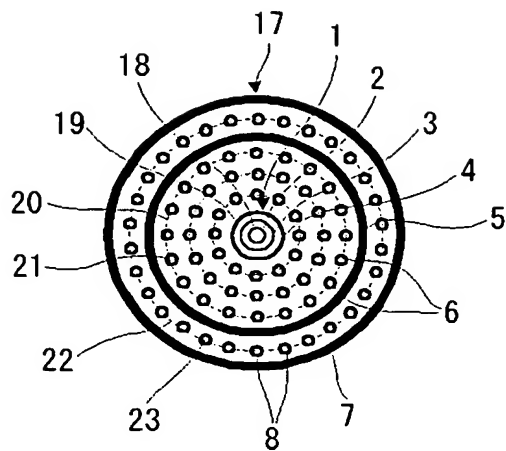
- 1 多重管
- 2 中心管
- 3 第1の包囲管
- 4 第2の包囲管
- 5 第1の外殻管
- 6 第1のノズル
- 7 第2の外殻管
- 8 第2のノズル
- 9 外套管
- 11 支台
- 12 合成石英ガラス製ターゲット
- 13 原料蒸発器
- 14 メチルトリメトキシシラン
- 15 アルゴンガス
- 16 酸素ガス
- 17 主バーナー
- 18 酸素ガス

- 1 9 水素ガス
- 2 0 水素ガス
- 2 1 酸素ガス
- 2 2 水素ガス
- 2 3 酸素ガス
- 2 4 酸水素火炎
- 2 5 シリカ微粒子
- 2 6 合成石英ガラスインゴット

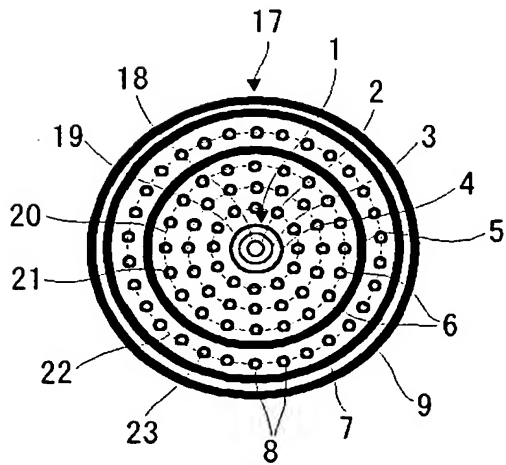
【書類名】

図面

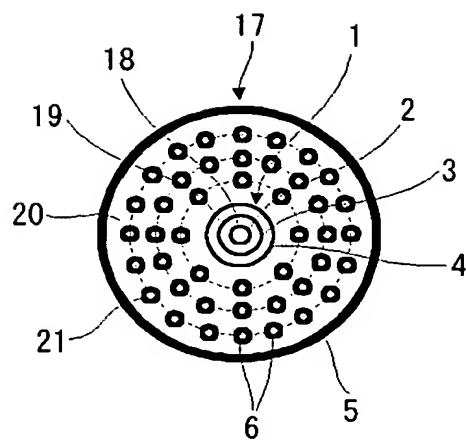
【図 1】



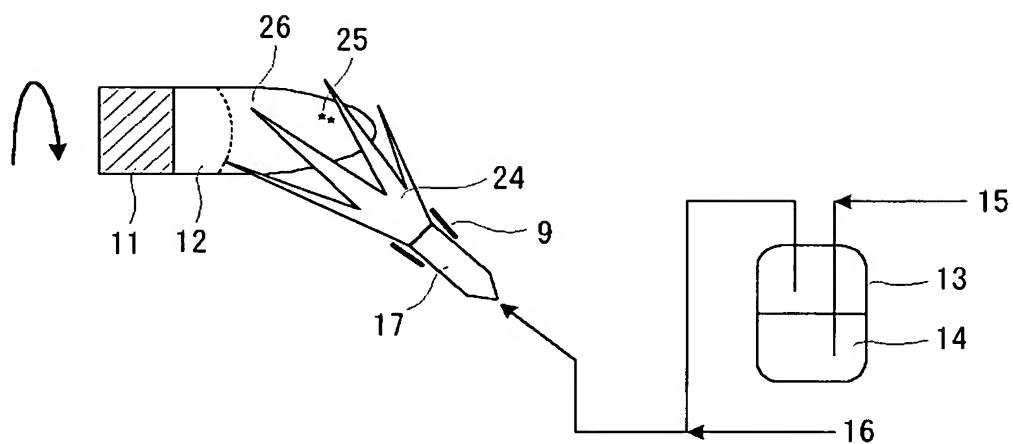
【図 2】



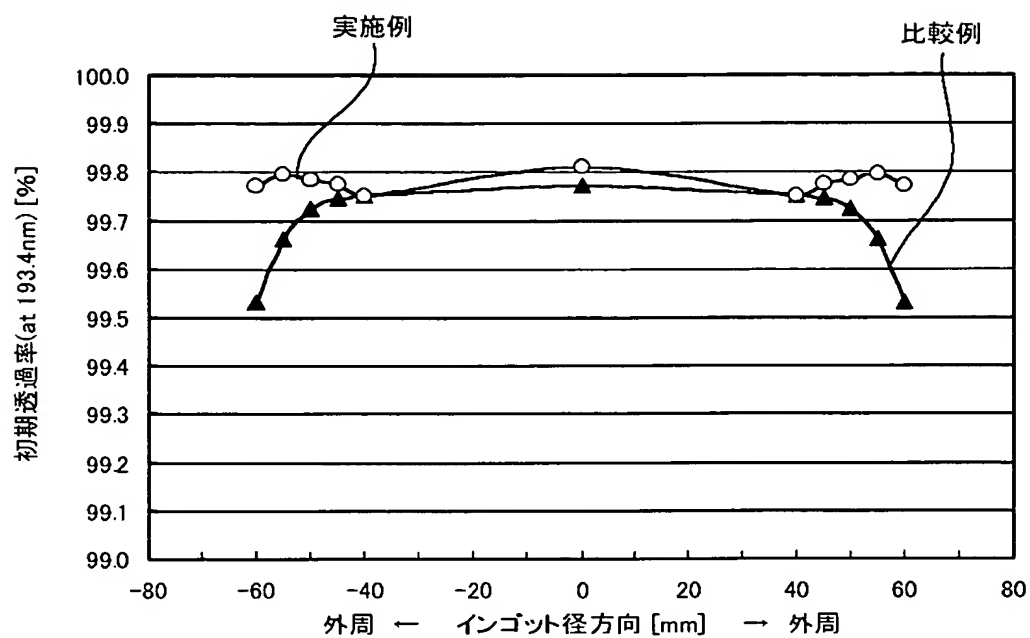
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 シリカ原料化合物を供給する中心管、この中心管を囲繞し、支燃性ガスを供給する第 1 の包囲管、この第 1 の包囲管を囲繞し、燃性ガスを供給する第 2 の包囲管を備えた少なくとも三重管構造を有する多重管と、この多重管を囲繞し、燃性ガスを供給する第 1 の外殻管と、この第 1 の外殻管内に配設され、支燃性ガスを供給する複数の第 1 のノズルと、前記第 1 の外殻管を囲繞し、燃性ガスを供給する第 2 の外殻管と、この第 2 の外殻管内に配設され、支燃性ガスを供給する複数の第 2 のノズルとを備えた主バーナーを具備することを特徴とする合成石英ガラス製造用バーナー。

【効果】 本発明によれば、光学的により高均質の合成石英ガラスインゴットを得ることができる。

【選択図】 図 1

特願 2003-079399

出願人履歴情報

識別番号

[000002060]

1. 変更年月日
[変更理由]

住 所
氏 名

1990年 8月22日

新規登録

東京都千代田区大手町二丁目6番1号
信越化学工業株式会社

2. 変更年月日
[変更理由]

住 所
氏 名

2003年 4月11日

名称変更

住所変更

東京都千代田区大手町二丁目6番1号
信越化学工業株式会社